

***Е. В. Осинников<sup>1\*</sup>, Р. М. Фалахутдинов<sup>2</sup>, С. А. Мурзинова<sup>2</sup>***

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Институт физики металлов им. М. Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург

\* *egor.osinnikov@yandex.ru*

## **РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ПОСЛОЙНОГО АНАЛИЗА МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОГО СНЯТИЯ СЛОЕВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ЗЕРНОГРАНИЧНОЙ ДИФФУЗИИ КОБАЛЬТА В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ НИКЕЛЕ**

Разработана методика послойного анализа с использованием электролитического снятия слоев для определения параметров зернограницной диффузии кобальта в поликристаллическом никеле. Предложенная методика позволила реализовать снятие слоёв без применения дорогостоящего оборудования в условиях обычной радиохимической лаборатории.

*Ключевые слова:* зернограницная диффузия, поликристаллический никель, глубина проникновения, послойный радиометрический анализ.

***E. V. Osinnikov, R. M. Falahutdinov, S. A. Murzinova***

## **DEVELOPMENT OF METHODS OF LAYER-BY-LAYER ANALYSIS OF ELECTRO-REMOVING LAYERS TO DETERMINE THE PARAMETERS OF GRAIN-BOUNDARY DIFFUSION OF COBALT IN POLYCRYSTALLINE NICKEL**

A technique of layer-by-layer analysis has been worked out using electrolytic removal of layers for determination of the parameters of grain-boundary diffusion of cobalt in polycrystalline Ni. The technique suggested enables to realize removal of layers without application of expensive equipment in the conditions of common radiochemical laboratory.

*Keywords:* grain-boundary diffusion, polycrystalline nickel, depth of penetration, layer-by-layer analysis.

Всестороннее понимание диффузионных процессов в твердых телах является одним из ключевых вопросов в разработке материалов. В настоящее время много внимания уделяется исследованию процессов зернограницной диффузии, т. к. скорость зернограницной диффузии лимитирует эксплуатационные свойства материала в конкретных условиях.

Для границ зерен в Ni в настоящее время есть данные только по его самодиффузии [1], но отсутствуют работы по зернограницной диффузии других элементов. Поэтому особый интерес представляет диффузия других элементов в поликристаллическом никеле, в частности  $^{57}\text{Co}$ .

Существует ряд методик для определения коэффициента зернограницной диффузии для различных образцов. [2] Основным общим признаком таких методик является послойное определение концентрации диффундирующего элемента. За основу была взята методика определения коэффициента зернограницной диффузии – метод послойного радиометрического анализа. Однако способ снятия слоёв материала заданной толщины применяемых в настоящее время в исследованиях [3, 4] может не давать возможности снизить толщину снятого слоя до размеров, позволяющих определять зависимость концентрации по глубине с требуемым разрешением. Поскольку, особенно при низких температурах, диффузионные пути могут быть менее толщины снятия единичного слоя. Это может затруднять или приводить к невозможности исследования зернограницной диффузии при температурах ниже, чем  $0,4T_{\text{пл}}$ . В тоже время требует применение специального дорогостоящего оборудования.

Поэтому была предложена методика снятия слоёв никеля электролитическим способом. Ее преимущество состоит в том, что с помощью данного метода возможно снимать слои примерной толщиной 10 нм, тогда, как при использовании других методик [2] снимаются слои порядка 100 нм – 1 мкм, что может быть сопоставимо с глубиной проникновения диффузанта в исходный образец. В тоже время не требуется какого-либо специального дорогостоящего оборудования.

Необходимо отметить, что методика также содержит обычно применяемые последовательности операций по подготовке образцов для послойного радиометрического анализа, включающих нарезку образцов заданной геометрии на электроэрозионном станке в виде дисков, шлифовку до зеркальной поверхности с целью создания чистой поверхности (удаление рисок, рельефа, ямок и деформации). А также очистки внешней поверхности образца путем щадящего химического травления в растворе соляной кислоты при комнатной температуре для удаления остатков пасты, которая использовалась в процессе шлифовки образца и дополнительной полировки электролитическим способом для выравнивания рельефа.

Поскольку особое внимание при изучении диффузии следует уделять структуре зерен образца, т. к. миграция границ может существенно ускорить диффузию в материале, особенно важно это учитывать в чистых материалах, т. к. рост зерен в Ni может происходить при небольшом нагревании образца, полученный образец подвергался стабилизационному отжигу при температуре 800°C в течении часа в условиях динамического вакуума. Далее для удаления оксидной пленки, которая могла образоваться

при такой высокой температуре отжига, образец снова подвергался электролитической обработке.

Процесс нанесения радионуклида  $^{57}\text{Co}$  в количестве 1 МБк осуществлялся аналогично работам [1, 3, 4] в виде капли с последующей сушкой. Далее образец с активностью подвергался длительному диффузионному отжигу (не менее 10 часов). Длительное время отжига объясняется глубиной проникновения атома  $^{57}\text{Co}$  в структуру поликристалла. Например, за 1 секунду при температуре порядка 400 °С глубина проникновения радиоизотопа составляет 0,01 нм, а при отжиге в течение  $10^4$  с (около 3 часов) средняя глубина проникновения составляет около 0,1 мм [2].

Диффузионная зона делилась на слои методом электрохимической полировки. Для электрохимической полировки был выбран электролит, состав которого приведен в таблице [5]:

Таблица

Состав электролита для полировки никеля

Компонент	Концентрация компонента, г/л
Сульфат натрия	400
Борная кислота	30
Додецилсульфат натрия	0,1

Выбор данного электролита обусловлен следующими параметрами:

- возможность снятия слоев малой толщины (примерно 10 нм);
- способность металла вступать в реакцию анодного окисления в среде данного электролита.

Возможность снимать слои малой толщины объясняется тем, что дополнительно в процессе электролитической полировки электролит помещался в ледяную баню. Контроль толщины снятого слоя производили по изменению веса образца. Вес образца измерялся на высокоточных аналитических весах ВЛ-120М с точностью  $10^{-5}$  г. Дополнительно проводился контроль геометрии образца для более точного расчета толщины снятого слоя, который включал в себя восстановление геометрических размеров по модели образца. Для измерения активности использовался цифровой гамма-спектрометр на сцинтилляционном NaI (Tl) детекторе. Словую активность вычисляли по интегральному остатку  $\gamma$ -линии 122 кэВ по методу Грузина. [6]

Таким образом, предложенная методика позволила реализовать снятие слоёв без применения дорогостоящего оборудования в условиях обычной радиохимической лаборатории.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Divinsky S. V. Grain boundary self-diffusion in polycrystalline nickel of different purity levels. / S. V. Divinsky, G. Reglitz, G. Wilde // *Acta Materialia*. 2010. V. 58. P. 386–395.
2. Бокштейн Б. С. Диффузия атомов и ионов в твердых телах: учебник / Б. С. Бокштейн, А. Б. Ярославцев Москва : МИСИС, 2005. 362 с.
3. Divinsky S. V. Recent Advances and Unsolved Problems of Grain Boundary Diffusion. / S. V. Divinsky, B. S. Bokstein // *Defect and Diffusion Forum Vols*. 2011. V. 309–310. P. 1–8
4. Ultra-fast diffusion channels in pure Ni severely deformed by equal-channel angular pressing. / S. V. Divinsky [et al.] // *Acta Materialia*. 2011. V. 59. P. 1974–1985.
5. Исаев А. В. Анодное окисление никеля в сульфаматных электролитах никелирования в области в области потенциалов, предшествующей «основной» пассивации / А. В. Исаев, М. Г. Михаленко // *ХиХТ*. 2009. Т. 52, № 11. С. 66–70.
6. Грузин П. Л. Применение искусственно радиоактивных индикаторов для изучения процессов диффузии и самодиффузии / П. Л. Грузин // *ДАН СССР*. 1952. Т. 86, № 2. С. 289–292.